



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① Número de publicación: **2 169 701**

② Número de solicitud: 200003068

⑤ Int. Cl.<sup>7</sup>: G02B 21/34

⑫

SOLICITUD DE PATENTE

A1

② Fecha de presentación: **21.12.2000**

④ Fecha de publicación de la solicitud: **01.07.2002**

④ Fecha de publicación del folleto de la solicitud:  
**01.07.2002**

⑦ Solicitante/s: **UNIVERSIDAD DE JAEN  
Paraje "Las Lagunillas", s/n, edificio 10  
23071 Jaén, ES**

⑦ Inventor/es: **Abarca Alvarez, Antonio;  
Abril Duro, Jesús Manuel;  
Fuente Rus, Miguel de la;  
Casanova Peláez, Pedro y  
Cano Martínez, Juan Manuel**

⑦ Agente: **Fernández Marquina, Pilar**

⑤ Título: **Reactor microcristalográfico.**

⑤ Resumen:

Reactor microcristalográfico.

El reactor comprende un bloque principal (1) afectado en su cara superior de rebajes (3) y (4) para la ubicación de un cubreobjetos y de un portaobjetos, respectivamente, en tanto que en su cara inferior cuenta con otro rebaje para ubicación de un segundo bloque (2) de calefacción, sobre cuya cara prevista para la fijación por adhesivo al rebaje posterior del bloque principal (1) cuenta con zonas de pasta conductora resistiva (11) depositadas por serigrafía y que constituyen el elemento calefactor correspondiente, incluyendo este bloque calefactor (2) un termopar (12) que proporciona la información de la temperatura a un circuito electrónico, para su regulación, todo ello a través de un conector (8) asociado a ese bloque calefactor (2) y alojado en una ranura lateral (6) del bloque principal (1). El reactor es adaptable a cualquier platina de microscopio convencional, y está previsto para obtener microcristales de sustancias químicas disueltas, con control de la temperatura, lo que permite controlar el proceso de cristalización y de crecimiento de las estructuras cristalinas.

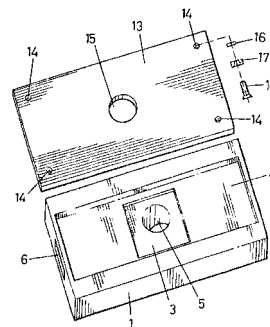


FIG.1

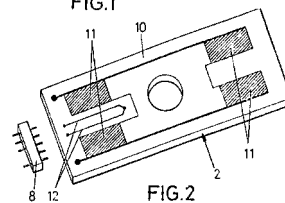


FIG.2

ES 2 169 701 A1

## DESCRIPCION

Reactor microcristalográfico.

### Objeto de la invención

La invención se refiere a un reactor microcristalográfico de especial aplicación en la microcristalografía y análisis químico, el cual está estructurado para constituir un accesorio para la microscopía, concretamente para su aplicación a cualquier tipo de microscopio óptico, ya sea de platina invertida o convencional.

Es objeto de la invención proporcionar un reactor microcristalográfico que incluye un sistema de control riguroso de la temperatura que permite obtener estructuras cristalinas más perfectas que las convencionales, así como la posibilidad de observar el proceso directo y poder controlarlo jugando con la curva del gradiente térmico, permitiendo igualmente realizar los correspondientes análisis mediante técnicas de iluminación infrarroja, ultravioleta y de polarización.

### Antecedentes de la invención

En el sector de la cristalografía y análisis químico se conocen dispositivos de cristalización que debido a su construcción no tienen la posibilidad de control térmico, ni permiten la observación en tiempo real del proceso, o al menos no poseen medios de regulación, y por lo tanto el tiempo de crecimiento del cristal es extraordinariamente largo, por lo que la observación en tiempo real se hace inviable.

En tal sentido, se conocen dispositivos para trabajar con cultivos celulares, que están constituidos por las clásicas platinas calientes, y aunque estos dispositivos poseen una regulación térmica, su gradiente no es posible controlarlo. Además, presentan el inconveniente de resultar voluminosos y estar dotados de una gran superficie donde albergar las placas de cultivo, necesitando mucha más energía para el mantenimiento de la temperatura.

Otro inconveniente de los dispositivos de cristalización conocidos, del tipo referido, consiste en que no están dotados de aislamiento apropiado, por lo que parte del calor pasa a la estructura del microscopio óptico, pudiendo incluso dificultar la observación.

Finalmente, los dispositivos convencionales del tipo referido, están diseñados como parte del sistema y no son versátiles a la hora de adaptarlos a cualquier microscopio óptico en general.

### Descripción de la invención

El reactor microcristalográfico que se preconiza ha sido concebido para resolver la problemática anteriormente expuesta, de manera que siendo un reactor tipo térmico presenta la particularidad de incluir medios que controlan el gradiente térmico que genera un foco caliente controlado, transmitiendo por conducción el calor al núcleo central, estando el reactor diseñado para que las pérdidas por radiación sean mínimas, aumentando el rendimiento del sistema.

Más concretamente, el reactor microcristalográfico de la invención, está previsto para obtener microcristales partiendo de sustancias químicas disueltas, tanto en disolventes orgánicos como inorgánicos, así como permitir un control del crecimiento de dichos microcristales, previéndose

para ello medios que controlan la temperatura mediante transferencia térmica por conducción del foco caliente, consiguiéndose una temperatura muy estable que permite conseguir el proceso de cristalización de forma eficaz y con total crecimiento del mismo, todo ello constituyendo un reactor adaptable a cualquier platina de microscopio convencional, permitiendo así la observación del proceso en tiempo real.

Estructuralmente, el reactor microcristalográfico de la invención está fundamentalmente constituido por dos bloques, uno conformado a base de aluminio aleado con manganeso para conseguir una elevada dureza y que sea resistente al paso del tiempo, estando este bloque en una de sus caras afectado de una pareja de rebajes, uno central para ubicar un cubreobjetos, y otro rebaje que afecta a la mayor parte de la amplitud de la superficie superior del bloque, para permitir utilizar portaobjetos estándar y poder trabajar con pocos aumentos y con mayor cantidad de disolución.

Dicho bloque principal está además afectado de un orificio central que permite utilizar el sistema de luz transmitida que posee el correspondiente microscopio óptico, ya sea visible, ultravioleta, luz polarizada, etc., contando lateralmente con una ranura en donde se embute un conector encargado de llevar las señales al correspondiente circuito electrónico de control, contando dicho conector con cuatro contactos, dos de ellos para el sistema de calefacción y otros dos para el sistema de medida de temperatura.

En la cara inferior el citado bloque principal cuenta con otro rebaje para la ubicación del segundo bloque, que incluye el sistema de calefacción correspondiente, bloque éste segundo que se constituye mediante una capa de aislante cerámico compuesto por óxido de aluminio, con buen coeficiente de transmisión térmica, sobre el que se deposita una pasta conductora resistiva que servirá como elemento calefactor, pasta que será de grafito y resina y su depositado se efectuará por serigrafía y en correspondencia con cuatro zonas al objeto de que el calentamiento sea uniforme. En dicho segundo bloque, se incluye además un termopar que se sitúa junto al conector, al objeto de minimizar interferencias que se pudieran producir por agentes externos, así como para que las conexiones de dicho termopar con el conector sean de corta longitud.

Finalmente, el reactor referido se complementa con una placa de aluminio en funciones de tapa que, teniendo las mismas dimensiones en longitud y anchura que el bloque principal, se sitúa sobre éste con la interposición de unos separadores aislantes que mantendrán al reactor separado de la superficie de contacto, evitando así transferencia térmica por conducción hacia la platina del microscopio óptico.

El reactor microcristalográfico descrito se completa con un control electrónico en el que existe un filtro de red, una fuente de alimentación, un cable de conexión apantallado y un regulador PID de temperatura programable con dos visualizadores, uno para la temperatura de consigna y otro para la temperatura real, aunque éstos sirven igualmente para los parámetros de programación de dicho regulador.

Mediante el reactor descrito se consigue controlar el gradiente de temperatura y con ello controlar la obtención de estructuras cristalinas y conseguir que éstas resulten de óptima calidad.

Así mismo, el reactor microcristalográfico de la invención, además de ser adaptable a cualquier microscopio óptico, está constituido en un solo bloque compacto, cuando se unen y fijan entre sí los dos bloques anteriormente referidos y la placa en funciones de tapa.

Igualmente, el reactor microcristalográfico permite observar el proceso de cristalización en tiempo real, así como el proceso de crecimiento de las estructuras cristalinas.

Además de las funciones y prestaciones que proporciona el reactor térmico microcristalográfico referido, éste posee las siguientes propiedades:

- Durabilidad.
- Resistencia a los cambios de temperatura.
- Coeficientes de dilatación compatibles entre componentes.
- Mantenimiento de las propiedades de los materiales.
- Reducido tamaño y adaptable a cualquier microscopio óptico.
- Bajo consumo.
- Alta disipación térmica por conducción.

### Descripción de los dibujos

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características del invento, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica del mismo, se acompaña como parte integrante de dicha descripción, un juego de dibujos en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

La figura 1.- Muestra una representación según una perspectiva superior del bloque principal del reactor microcristalográfico objeto de la invención, viéndose igualmente en explosión la correspondiente placa en funciones de tapa que ha de aplicarse sobre la superficie superior de dicho bloque principal del reactor.

La figura 2.- Muestra una vista en perspectiva del bloque correspondiente al sistema de calefacción y conector destinado a fijarse sobre la cara inferior del bloque representado en la figura 1 para formar el conjunto del reactor.

La figura 3.- Muestra finalmente el diagrama de bloques correspondiente al circuito de control electrónico con que irá dotado del reactor representado en las figuras anteriores.

### Realización preferente de la invención

Como se puede ver en las figuras referidas, el reactor microcristalográfico objeto de la invención comprende básica y fundamentalmente dos bloques (1) y (2), el primero de ellos como bloque

principal, materializado en aluminio aleado con manganeso, siendo su contorno rectangular y preferentemente con una dimensiones de 40 x 80 x 8 milímetros, adaptable a cualquier platina de microscopio óptico. Ese bloque principal (1) posee en su cara superior y centradamente un rebaje (3), de contorno cuadrangular y de 21,5 milímetros de lado y 200 micromilímetros de profundidad, rebaje (3) que está previsto para ubicar un cubreobjetos estándar de 20 x 20 milímetros y 100 micromilímetros de grosor, permitiendo utilizar objetivos de gran aumento.

Además de ese rebaje (3), la cara superior del bloque principal (1) cuenta con un rebaje (4) que ocupa la mayor parte de su longitud y gran parte de su anchura, siendo las dimensiones de este rebaje (4) de 76,5 x 26,5 milímetros y 900 micromilímetros de profundidad, proporcionando la posibilidad de utilizar un portaobjetos estándar en el que poder trabajar con pocos aumentos y con mayor cantidad de disolución.

El bloque principal (1) cuenta además con un orificio central (5) de 11 milímetros de diámetro, que permite utilizar el sistema de luz transmitida que posee el microscopio óptico, ya sea visible, ultravioleta, luz polarizada, etc.

En uno de los laterales, concretamente en el izquierdo, existe una ranura rectangular (6) de 3 x 13,5 milímetros apta para recibir el conector (8) representado en la figura 2 y que forma parte del bloque (2), y cuyo conector (8) está previsto para llevar las señales al correspondiente circuito electrónico referenciado con (9) en la figura 3.

El aludido conector (8) incluye cuatro contactos, dos para el sistema de calefacción y otros dos para el sistema de medida de la temperatura.

Volviendo al bloque principal (1), en correspondencia con la cara interior, es decir, con la opuesta a la que está afectada de los rebajes (3) y (4), incluye otro rebaje para el bloque (2), con unas dimensiones de 18 x 70 x 4 milímetros, y cuyo bloque (2) lo integran, además del conector (8), el aislamiento eléctrico, las conexiones y el elemento calefactor.

Este segundo bloque (2) presenta una capa de aislante cerámico compuesta por óxido de aluminio de 1 milímetro de grosor, que corresponde a la referencia (10), con buen coeficiente de transmisión térmica y sobre cuya capa de aislante (10) se deposita una pasta conductora resistiva que servirá de elemento calefactor, y que será situada sobre cuatro zonas rectangulares (11) uniformemente distribuidas para que el reparto de temperatura sea uniforme. La unión de la capa de óxido de aluminio (10) del bloque (2) sobre el rebaje de la cara inferior del bloque principal (1) utilizará un adhesivo de resina de epoxi a base de bisfenol, dietilentriamina y 1,4-butanodiol, compuesto que aguanta perfectamente temperaturas de hasta 2000°C, que es superior a la que necesita el reactor, ya que éste está previsto para trabajar con un margen inferior a los 1000°C.

La deposición de esa pasta conductora: sobre las zonas (11), y cuya pasta es de grafito y resina, se realiza por serigrafía, teniendo un espesor de 20 micromilímetros y ocupando cada zona (11) una superficie de 6,5 x 13 milímetros, lo que genera cuatro elementos térmicos de 3.350 mΩ con

un poder de disipación de 3 W por elemento, suficiente para conseguir los objetivos. La conexión de dichos elementos, se realiza en paralelo, dos a dos, con lo que se obtiene una resistencia superficial total de  $3,3 \Omega$ , aproximadamente, y 12 W de potencia máxima.

Por su parte, el conector (8) es el elemento que une el reactor o dispositivo referido con el equipo electrónico (9) que lo controla, siendo las señales que circulan por sus terminales positivo y negativo de la alimentación continua y la señal de microvoltios que se genera en un termopar (12) de tipo J, que llevará la información de la temperatura al circuito electrónico (9) para su regulación, con la particularidad de que la ubicación de ese termopar (12) está al lado del conector (8) para minimizar interferencias y para evitar largas conexiones.

En cuanto al conector (8) propiamente dicho, el mismo ha de estar polarizado para evitar una conexión incorrecta y tener los terminales recubiertos de un material duro para evitar el desgaste producido por la conexión y desconexión, además de la oxidación ambiental que se puede producir en los mismos con el deterioro que ello daría lugar de la conductividad de éstos, que lógicamente

empeoraría la transmisión de las señales, muy pequeñas en este caso.

El reactor se complementa finalmente con una placa (13) en función de tapa, materializada en aluminio de 1 milímetro de grosor, y de las mismas medidas que el bloque principal (1), placa (13) que está afectada de un orificio central (15) que ha de enfrentarse al orificio (5) del bloque principal (1) y cuatro pequeños orificios (14) en proximidad a las esquinas, para la ubicación de otros tantos separadores constituidos por una arandela aislante (16), una arandela cónica (17) y un tornillo cónico (18), con lo que esos separadores evitarán la transferencia térmica por conducción hacia la platina del microscopio óptico.

Finalmente, en cuanto al bloque correspondiente al circuito electrónico (9), el mismo cuenta con un filtro de red (19), una fuente de alimentación (20), y un regulador PID de temperatura programable (21), con dos visualizadores, uno para la temperatura de consigna y el segundo para la temperatura real, complementándose con la correspondiente conexión a la red (22), un cable de control (23) que sale del propio bloque correspondiente al reactor (8), y el correspondiente interruptor de parada y puesta en marcha (24).

30

35

40

45

50

55

60

65

## REIVINDICACIONES

1. Reactor microcristalográfico, que estando previsto para su aplicación en el sector de la cristalografía y análisis químico, concretamente aplicable a cualquier tipo de microscopio óptico, sea de platina invertida o convencional, siendo además del tipo térmico y constituido de manera tal que permite controlar el gradiente térmico para con ello controlar el proceso de crecimiento de las estructuras cristalinas, así como la observación del proceso en tiempo real, se **caracteriza** porque comprende dos bloques (1) y (2) asociados convenientemente entre sí, determinando el primero de ellos un bloque principal con alto poder de transmisión térmica, en cuya cara superior está establecido un rebaje central (3) para ubicación de un cubreobjetos estándar, y un segundo rebaje (4) de gran amplitud, para permitir utilizar portaobjetos estándar, mientras que la cara opuesta presenta un rebaje de ubicación para el segundo bloque (2), determinando éste un bloque calefactor asociado a un conector (8) que se ubica en una ranura lateral (6) del bloque principal (1), contando dicho bloque calefactor (2) con una capa de aislante cerámico (10) en la que se deposita por serigrafía una pasta, conductora resistiva ocupando cuatro zonas (11) regularmente distribuidas para posibilitar una uniformidad en la transferencia de temperatura, habiéndose previsto además, en proximidad a la zona de ubicación del conector (8), un termopar (12) para

proporcionar la información de la temperatura a un circuito electrónico de regulación (9).

2. Reactor microcristalográfico, según reivindicación 1<sup>a</sup>, **caracterizado** porque el bloque principal (1) está afectado, en correspondencia con su zona central, con un orificio (5) para el paso de la luz generada por el microscopio al que se aplique el propio reactor.

3. Reactor microcristalográfico, según reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque el bloque principal (1) está materializado en aluminio aleado con manganeso.

4. Reactor microcristalográfico, según reivindicación 1<sup>a</sup>, **caracterizado** porque el bloque (2) incluye en su cara de fijación al rebaje posterior del bloque principal (1), una capa aislante cerámico (11) materializada en óxido de aluminio.

5. Reactor microcristalográfico, según reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque se complementa con una placa de aluminio (13) en funciones de tapa, que se aplica sobre la superficie superior del bloque principal (1), placa (13) que además del orificio (15) que queda enfrente al orificio (5) del bloque principal (1), cuenta con cuatro pequeños orificios (14) en proximidad a las esquinas donde se montan correspondientes separadores o aislantes que mantienen el conjunto separado de la superficie de contacto, evitando la transferencia térmica por conducción hacia la platina del microscopio óptico en el que se aplique el propio reactor.

35

40

45

50

55

60

65

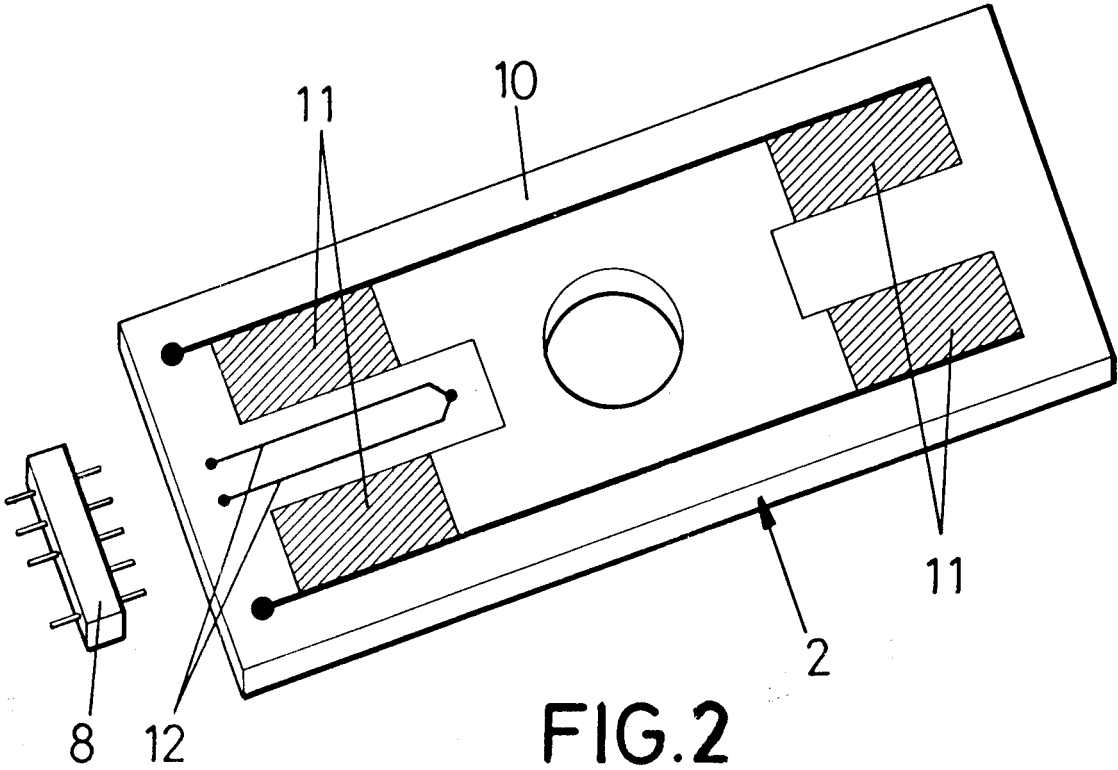


FIG. 2

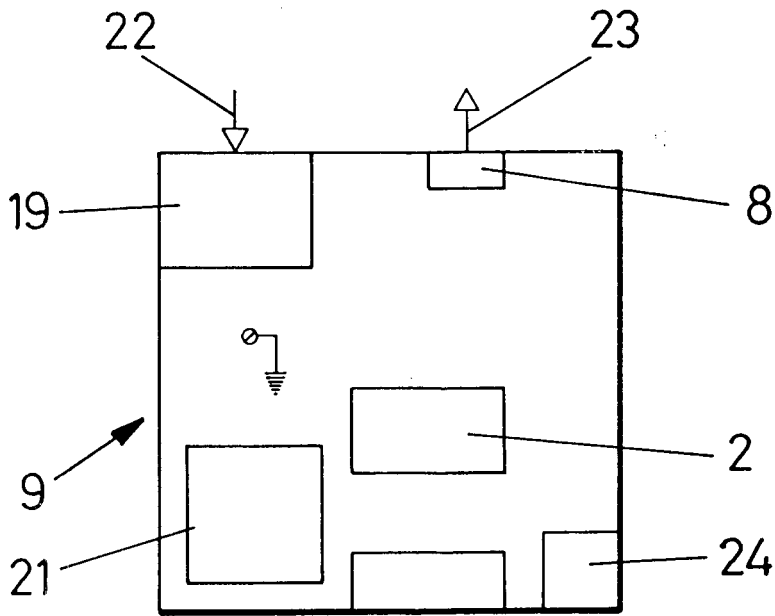


FIG. 3

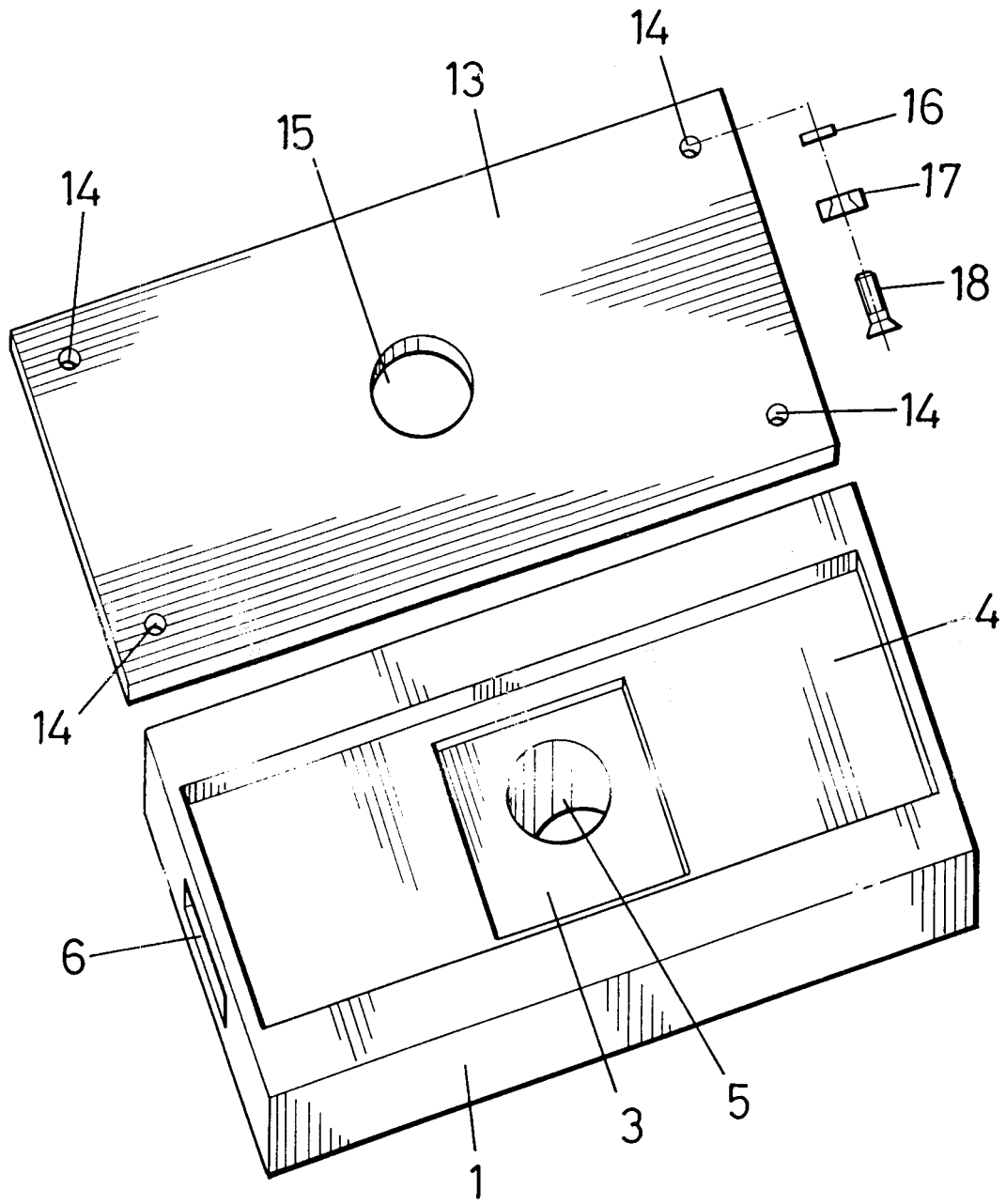


FIG.1



INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤ Int. Cl.<sup>7</sup>: G02B 21/34

DOCUMENTOS RELEVANTES

| Categoría | Documentos citados  | Reivindicaciones afectadas |
|-----------|---|----------------------------|
| E         | US 6180061 B1 (BOGEN et al.) 30.01.2001, columna 2, líneas 33-50.   | 1-5                        |
| X         | US 5273905 A (MULLER et al.) 28.12.1993, columnas 5,17,18.  | 1-5                        |
| X         | ES 2123542 T3 (THE RESEARCH FOUNDATION OF STATE UNIVERSITY OF NEW YORK) 16.01.1999, página 12, líneas 8-20. | 1-5                        |
| X         | EP 0863213 A2 (THE RESEARCH FOUNDATION OF STATE UNIVERSITY OF NEW YORK) 09.09.1998, todo el documento.      | 1-5                        |
| Y         | US 5346672 A (STAPLETON et al.) 13.09.1994, todo el documento.  | 1-5                        |
| Y         | US 4013038 A (ROGERS et al.) 22.03.1977, todo el documento.   | 1-5                        |
| A         | US 4948728 A (STEPHANOPOULOS et al.) 14.08.1990, figura 6.  | 1-5                        |
| Y         | EP 0611598 A2 (PERKIN ELMER CORPORATION) 24.08.1994, todo el documento.                                     | 1-5                        |
| Y         | EP 0545736 A2 (POTTER et al.) 09.06.1993, todo el documento.  | 1-5                        |

**Categoría de los documentos citados**

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

**El presente informe ha sido realizado**

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n.º:

**Fecha de realización del informe**

20.05.2002

**Examinador**

M. Fluvìà Rodríguez

**Página**

1/1